

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 58-120510

(43)Date of publication of application : 18.07.1983

(51)Int.Cl.

C01B 31/02

(21)Application number : 57-003759

(71)Applicant : MITSUBISHI CHEM IND LTD  
TOYO CARBON KK

(22)Date of filing : 13.01.1982

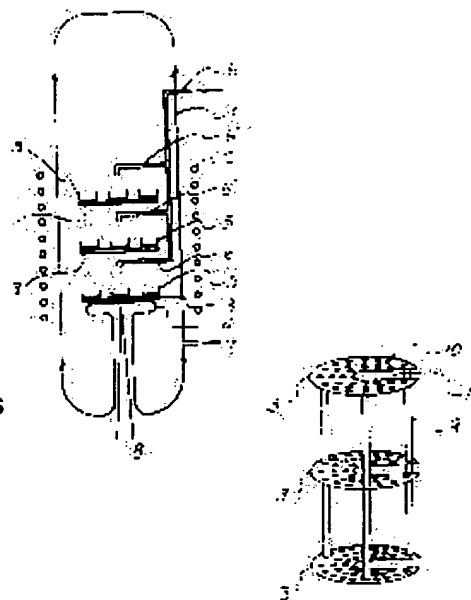
(72)Inventor : MIYAZAKI TAKANE  
TATSUNO SHIGERU  
MATSUURA KAZUSHI

## (54) DEPOSITING METHOD FOR CARBON BY THERMAL DECOMPOSITION

### (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain products of uniform quality by simultaneously feeding a gaseous starting material to each step of a reactor supporting substrates on which carbon is deposited so as to treat many substrates at once in the same reactor.

CONSTITUTION: A plurality of tables 3 supported on supports and having many through holes for well circulating gas are placed in a reactor body 1. Substrates 5 are mounted on the tables 3 and heated to a desired temp. with an induction coil 2. At the same time, a gaseous starting material for depositing carbon by thermal deposition is fed from an introducing pipe 6. The material contacts with the substrates 5 on the tables 3 through branch pipes 6' and deposits carbon on the substrates 5. Thus, the substrates 5 are always treated with the unused gaseous starting material and undergo constant and uniform deposition of carbon independently of the position of the tables 3.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭58—120510

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 01 B 31/02

識別記号  
1 0 1

庁内整理番号  
7310—4G

④ 公開 昭和58年(1983)7月18日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ 熱分解炭素を析出させる方法

東京都世田谷区祖師谷四丁目18  
番地24号

① 特 願 昭57—3759

① 出 願 人 三菱化成工業株式会社

② 出 願 昭57(1982)1月13日

東京都千代田区丸の内2丁目5  
番2号

⑦ 発 明 者 宮崎高嶺

① 出 願 人 東洋カーボン株式会社

東京都練馬区中村一丁目10番10  
号

東京都中央区日本橋二丁目10番  
1号

⑦ 発 明 者 辰野茂

④ 代 理 人 弁理士 木邑林

藤沢市石川3774番地1

⑦ 発 明 者 松浦一志

明 細 書

1 発明の名称

熱分解炭素を析出させる方法

2 特許請求の範囲

熱分解炭素を析出させる原料ガスの流通下に、  
基材を加熱して基材上に熱分解炭素を析出させ  
る方法において、反応器内に複数の基材を多段  
に支持し、原料ガスを、枝管を介して上記多段  
の各段に同時に供給することと特徴とする基材  
上に熱分解炭素を析出させる方法

3 発明の詳細な説明

この発明は基材上に熱分解炭素を析出させる  
方法の改良に係わるものである。

近年、熱分解炭素は、従来の焼結型成形炭素  
材になら、新しい特性をもつ素材として注目さ  
れ、種々の製法や、用途の開発研究が行なわれ  
ている。

中でも大谷杉郎氏による、熱分解炭素を析出  
させる原料としてハロゲン化炭素水素を、使用

する低温熱分解炭素析出法 (特願昭52-22974)  
は、500~1000℃の温度において、実用的な  
速度で炭素を析出させることができ、注目され  
ている。

一方用途については、炭素を析出させる基材  
としてセラミックス、金属、炭材など、既製の  
適当な材料、形状のものを対象とし、これを炭  
素で表面被覆し、その材料の機能を改変したり、  
析出層を単独でとり出して新しい材料として利  
用するなど、単体又は複合体の形で各種用途に  
供することが考えられ、一部実用化の段階に入  
っている。例えば生体用材料、宇宙航空機用材  
料、機械用材料、電極などに適用されている。

これらの用途において、炭素を析出させる基  
材の大きさは数mm程度の極めて小さいものから  
可成りの大きさのものにまでおよび、またその  
形状も単純なもの、複雑なものなど各種のもの  
がある。

一方、熱分解炭素の析出に際しては、従来法  
によれば1500℃以上の高温を要し、前記の

特開昭53-108089

低温熱分解法であつても500℃以上の高温が必要である。この反応の本質として、炭素析出は気相で行なわれ、かつこれが高温下処理と相まつて、一度に多数の基材を同一反応器内で処理したり、或いは複雑な形状器<sup>5</sup>を処理することは、特に製品の均一性を確保する上で、工業上極めて困難であつた。

本発明は上記のような制約を解消し、1回に多数の基材を同一反応器内で処理し、品質の均一な製品を得る方法を提供することを目的とするものであつて、その要旨とするところは熱分解炭素を析出させる原料ガスの流通下に、基材を加熱して基材上に熱分解炭素を析出させる方法において、反応器内に複数の基材を多段に支持し、原料ガスを、枝管を介して上記多段の各段に同時に供給することとを特徴とする基材上に熱分解炭素を析出させる方法に存する。

次に本発明方法を実施する装置を示す添付図面の説明と併せて本発明を詳説する。

第1図は本発明方法を実施する装置の一例の

反応器本体からの取出しが便利である。架台3には多数の貫通孔を設けガスの流通をよくする。

架台3は図示のものでは3段としたが、その段数は所望により増減する。そして各架台3上に基材5をのせ、誘導コイル2によつて所望の温度に基材5を加熱し、同時に原料ガスをその導入管6から送給する。原料ガスは枝管6'によつてそれぞれの架台上の基材に接触し、基材上に炭素を析出する。基材はそれぞれの段について分岐している枝管6'からの原料ガスに接するので、常に未使用状態の原料ガスにより処理され、従つて何れの段の架台上にある基材も常に一定の均一な炭素析出を受ける。

架台3の段数を増大させるときは、加熱用の誘導コイル設備がそれに対応して<sup>大</sup>きくなるので、本発明者等の一部が<sup>大</sup>きに提案した方法(特願昭54-144993号、特開昭56-69210号)に従つて、加熱帯域を漸次移動させる方法、例えば誘導コイルを小さなものとし、これを適宜の機械的手段によつて原料ガス

縦断正面略図であり、第2図はこの装置の反応器内に設置される基材の架台の一例の斜視略図である。

図中、1は反応器本体、2は加熱用の誘導コイル、3は基材の架台、4は架台3の支持台、5は基材、6は炭素を析出させる原料ガスの導入管、6'は原料ガスの枝管、7はガス排出管、8は熱電対、9は架台の支柱、10は架台3に設けられた貫通孔、11は枝管を通すための切込みである。

反応器本体1は図示していないが、冷却用ジャケットを設け、反応処理中、水を通して冷却するのがよい。また原料ガスの導入管6および枝管6'は単管でもよいが、二重管とし、水のよ様な冷媒を通すのがよい。

架台3は第1図では図が複雑化するのを避けるため、その支持手段を省略してあるが、例えば第2図に示すように各段の架台3を複数本の支柱9で支持し、これを支持台4の上に着脱自在に設置し得るようにしておくことと修理の際など、

の流れ下手から上手に反応器本体に沿つて漸次移動させて加熱を行なうようにすると設備の巨大化が回避できる。

なお、加熱は誘導加熱方式に限られず、その他の加熱方式を採用してもよい。

本発明方法が適用される基材は、材質としては炭素材、ガラス、セラミックス、各種単結晶など、炭素析出温度において、融解、分解することなく、原形を保持し、所定の条件下に所望の熱分解炭素を析出し得る固体材料であれば如何なるものであつてもよい。また基材の形状は、ブロック状、パイプ状、棒状、平板状、粉状、粒状、繊維状、フェルト状、その他複雑な形状のものなど、いずれも可能である。

本発明方法で採用される炭素析出条件、即ち原料ガスの種類、濃度、流量、加熱の方式、析出温度、時間等は従来知られている、いかなる条件でもよく、そのなかから目的に応じ適宜選択される。

一般的には原料ガスとしては、炭化水素、ハ

ロゲン化炭化水素、ハロゲン含有炭化水素が使用され、加熱温度としては500~3000℃の温度が保られる。しかし反応器材質の選択の容易さ、操作性、析出の容易さなどから、前述のハロゲン化炭化水素を原料ガスとする低温熱分解法が好適である。

以上のようにして本発明方法によれば、工業的に極めて有利に熱分解炭素を析出させることができる。即ち従来法では、基材は外界から遮断された反応器内に設置され、これに原料ガスを供給しつつ基材の全体を加熱することにより基材上に熱分解炭素を析出させるのである。この従来法によれば複数の基材に炭素を析出させる場合、基材の数が多くなるにつれて反応器、ひいては加熱装置が巨大化すること避けることができない。また処理される基材の数が増大し、ひいては反応器が巨大化すると、反応器内の局所々々における原料ガスの濃度、組成および流速等が変化し、そのため析出する熱分解炭素の質的相違および析出速度が異なってくる

に3個ずつ載せシスー1,2-ジクロロエチレンを原料ガスとして使用し、ガス流量4.1ℓ/分、ガス濃度1.3容量%（アルゴンガス中）、加熱温度700℃で熱分解による炭素析出を行なわせ、上記するつぼの架台に接する外底面を除く全表面に厚さ100μの熱分解炭素を析出させた。得られたるつぼの炭素析出状態は各段とも均一であつた。

実施例2  
添付図面に示すと同様の構造の装置を用い、ただし、架台は7段で、各段への原料供給ノズルをそれぞれ流量調節可能なものとし、また、加熱用の誘導コイルは前記特願昭54-144993号（特開昭56-69210号）明細書に記載されているように、下方から上方へ漸次移動させる方式のものを使用した。各架台にはそれぞれ3個の黒鉛質るつぼ（内径30mm、深さ15mm）をのせ、実施例1と同様の条件で炭素を析出させた。ただし、誘導コイルは1cm/時の速度でガス上流側に移動させ、また、各段への原料供給は、その誘導コイルの移動に従い、各段の原

は避けられず、同一条件で同時に多数の基材への析出を高温で実施することは技術上、極めて困難である。

これに対し、本発明方法では、基材は反応ガス流に沿つて多段に設置されるので、反応器の空間を有効に利用することにより加熱装置を格別大きくする必要がない。

また、単に基材を多段に設置し、その一端から原料ガスを導入すると、ガスの下流域では熱分解すべき有効ガス成分が減少し、上流、下流で均一な熱分解炭素を析出させることができなくなる。本発明方法によれば、基材を多段に設置しても、原料ガスは枝管を介して基材近くに供給されるので、下流域においても未分解の原料ガスに接し、均一な熱分解炭素を析出させることができる。

次に本発明の実施例を説明する。

#### 実施例1

添付図面に示す装置（架台の数3段）を用い、内径30mm、深さ15mmの黒鉛質るつぼを各段

原料供給ノズルを調節し、誘導コイルにより加熱されている段へ順次流量4.1ℓ/分で行なつた。得られた製品の炭素析出状態を調べたが各段何れのものも均一であつた。

以上説明し、図面に示し、実施例に挙げたところは本発明の理解を助けるための代表的例示に係わるものであり、本発明はこれら例示に制限されるものでなく、発明の要旨内でその他の変更、変形例をとることができるものである。

#### 4 図面の簡単な説明

第1図は本発明方法を実施する装置の一例の縦断正面略図、第2図は第1図の装置に設置される基材の架台の一例の斜視略図である。

図中、1は反応器本体、2は誘導コイル、3は基材の架台、5は基材、6は原料ガスの導入管、6'は原料ガスの枝管、7はガス排出管である。

出願人 三菱化成工業株式会社

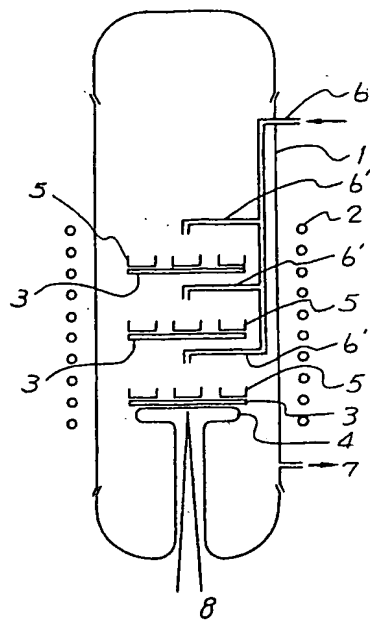
東洋カーボン株式会社

代理人

弁理士 木 邑

林

第 1 図



第 2 図

